

Rec'd PCT/PTO 03 MAY 2005

PCT/JP 03/16264

18.12.03

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 1 1 月 2 5 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 3 9 4 7 8 3
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 3 9 4 7 8 3]

出 願 人 住 友 金 属 鉱 山 株 式 会 社
Applicant(s):

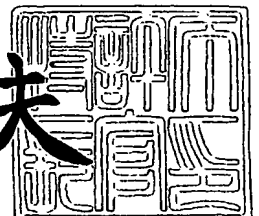
PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

RECEIVED
12 FEB 2004
WIPO PCT

2 0 0 4 年 1 月 2 9 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 0 3 9 6 8

【書類名】 特許願
【整理番号】 S030107P
【提出日】 平成15年11月25日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C03C 17/23
C09D 5/24

【発明者】
【住所又は居所】 千葉県市川市中国分3丁目18番5号 住友金属鉱山株式会社
中央研究所内
【氏名】 長南 武

【発明者】
【住所又は居所】 千葉県市川市中国分3丁目18番5号 住友金属鉱山株式会社
中央研究所内
【氏名】 足立 健治

【特許出願人】
【識別番号】 000183303
【住所又は居所】 東京都港区新橋5丁目11番3号
【氏名又は名称】 住友金属鉱山株式会社
【代表者】 福島 孝一

【代理人】
【識別番号】 100095223
【住所又は居所】 東京都豊島区東池袋1丁目48番10号 25山京ビル901号
【弁理士】
【氏名又は名称】 上田 章三
【電話番号】 03(3971)8758

【先の出願に基づく優先権主張】
【出願番号】 特願2003- 14875
【出願日】 平成15年 1月23日

【手数料の表示】
【予納台帳番号】 017455
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1
【包括委任状番号】 9108811

【書類名】特許請求の範囲

【請求項 1】

日射遮蔽用微粒子を含有する日射遮蔽体において、
その透過率が波長 400～700 nm に極大値を持つと共に、波長 700～1800 nm に極小値を持ち、かつ、透過率の極大値を P、極小値を B、可視光透過率を VLT としたとき、 $60\% \leq VLT \leq 80\%$ において以下の数式 (1) を満たす日射遮蔽特性を有することを特徴とする日射遮蔽体。

$$P/B + 0.2067 \times VLT \geq 17.5 \quad (1)$$

【請求項 2】

日射遮蔽用微粒子を含有する日射遮蔽体において、
その透過率が波長 400～700 nm に極大値を持つと共に、波長 700～1800 nm に極小値を持ち、かつ、透過率の極大値を P、極小値を B、可視光透過率を VLT としたとき、 $38\% \leq VLT \leq 55\%$ において以下の数式 (2) を満たす日射遮蔽特性を有することを特徴とする日射遮蔽体。

$$P/B + 2.4055 \times VLT \geq 133.6 \quad (2)$$

【請求項 3】

その平均 1 次粒子径が 400 nm 以下、格子定数が 4.100～4.160 であり、かつ、 $L^*a^*b^*$ 表色系における粉体色 L^* が 30～60、 a^* が -5～10、 b^* が -10～2 であるホウ化物微粒子により上記日射遮蔽用微粒子が構成されていることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の日射遮蔽体。

【請求項 4】

上記ホウ化物微粒子が、 XB_6 (但し、X は、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Zr、Ba、Sr および Ca から選択される少なくとも 1 種以上) で表される 6 ホウ化物微粒子であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の日射遮蔽体。

【請求項 5】

溶媒とこの溶媒中に分散された日射遮蔽用微粒子を含有し日射遮蔽体の形成に適用される日射遮蔽体形成用分散液において、

上記日射遮蔽用微粒子が請求項 3 または 4 記載のホウ化物微粒子で構成され、かつ、溶媒中に分散されたホウ化物微粒子の分散粒子径が 800 nm 以下であることを特徴とする日射遮蔽体形成用分散液。

【請求項 6】

ZrO_2 、 TiO_2 、 Si_3N_4 、 SiC 、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Y_2O_3 から選択された少なくとも 1 種の化合物を含有することを特徴とする請求項 5 記載の日射遮蔽体形成用分散液。

【請求項 7】

(上記化合物の重量/ホウ化物微粒子の重量) $\times 100$ が、0.1～250% の範囲に設定されていることを特徴とする請求項 6 記載の日射遮蔽体形成用分散液。

【請求項 8】

請求項 5～7 のいずれかに記載の日射遮蔽体形成用分散液を用いて形成されていることを特徴とする日射遮蔽体。

【書類名】明細書

【発明の名称】日射遮蔽体と日射遮蔽体形成用分散液

【技術分野】

【0001】

本発明は、車両、ビル、事務所、一般住宅などの窓材や、電話ボックス、ショーウィンドー、照明用ランプ、透明ケースなどに使用される単板ガラス、合わせガラス、プラスチックなどの日射遮蔽体に係り、特に、所定の日射遮蔽特性要件を具備する日射遮蔽体とこの形成に適用される日射遮蔽体形成用分散液に関するものである。

【背景技術】

【0002】

太陽光や電球などの外部光源から熱成分を除去・減少する方法として、従来、ガラス表面に赤外線を反射する材料からなる被膜を形成して熱線反射ガラスとすることが行われていた。そして、その材料には FeOx 、 CoOx 、 CrOx 、 TiOx などの金属酸化物や、 Ag 、 Au 、 Cu 、 Ni 、 Al などの金属材料が選択されてきた。

【0003】

ところで、これらの材料には熱効果に大きく寄与する赤外線以外に可視光も同時に反射もしくは吸収する性質があるため、可視光透過率が低下してしまう問題があった。特に、建材、乗り物、電話ボックスなどに用いられる基材においては可視光領域で高い透過率が必要とされることから、上記金属酸化物などの材料を利用する場合にその膜厚を非常に薄くしなければならなかった。このため、スプレー焼付けやCVD法、あるいはスパッタ法や真空蒸着法などの物理成膜法を用いて10nmレベルの薄膜に成膜して用いる方法が採られている。

【0004】

しかし、これらの成膜方法は大がかりな装置や真空設備を必要とし、生産性や大面積化に難点があり、膜の製造コストが高くなる欠点がある。また、これらの材料で日射遮蔽特性を高くしようとすると可視光領域の反射率も同時に高くなってしまう傾向があり、鏡のようなガラガラした外観を与えて美観を損ねてしまう欠点もあった。更に、これらの材料で成膜された膜は、抵抗が比較的低くなって電波に対する反射が高くなり、例えば、携帯電話やテレビ、ラジオなどの電波を反射して受信不能になったり、周辺地域に電波障害を引き起こすなどの欠点もあった。

【0005】

このような欠点を改善するためには、膜の物理特性として、可視光領域の光の反射率が低くて赤外線領域の反射率が高く、かつ、膜の表面抵抗値が概ね $10^6 \Omega/\square$ 以上に制御可能な膜である必要があった。

【0006】

尚、可視光透過率が高く、しかも優れた日射遮蔽機能を持つ材料としては、従来、アンチモン錫酸化物（以下、ATOと略す）やインジウム錫酸化物（以下、ITOと略す）が知られている。

【0007】

そして、これらの材料は可視光反射率が比較的低いためガラガラした外観を与えることはない。但し、プラズマ周波数が近赤外線領域にあるために、可視光に近い近赤外域において反射・吸収効果が未だ十分でなかった。更に、これらの材料は、単位重量当たりの日射遮蔽力が低いため、高遮蔽機能を得るにはその使用量が多くなってコストが割高となるという問題を有していた。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明はこのような問題点に着目してなされたもので、その課題とするところは、この種の日射遮蔽体に要求される新規な適性基準を提供すると共にこの基準を満たした日射遮蔽体と日射遮蔽体形成用分散液を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0009】

すなわち、請求項1に係る発明は、

日射遮蔽用微粒子を含有する日射遮蔽体を前提とし、

その透過率が波長400～700nmに極大値を持つと共に、波長700～1800nmに極小値を持ち、かつ、透過率の極大値をP、極小値をB、可視光透過率をVLTとしたとき、 $60\% \leq VLT \leq 80\%$ において以下の数式(1)を満たす日射遮蔽特性を有することを特徴とし、

$$P/B + 0.2067 \times VLT \geq 17.5 \quad (1)$$

また、請求項2に係る発明は、

日射遮蔽用微粒子を含有する日射遮蔽体を前提とし、

その透過率が波長400～700nmに極大値を持つと共に、波長700～1800nmに極小値を持ち、かつ、透過率の極大値をP、極小値をB、可視光透過率をVLTとしたとき、 $38\% \leq VLT \leq 55\%$ において以下の数式(2)を満たす日射遮蔽特性を有することを特徴とする。

【0010】

$$P/B + 2.4055 \times VLT \geq 133.6 \quad (2)$$

次に、請求項3に係る発明は、

請求項1または2記載の発明に係る日射遮蔽体を前提とし、

その平均1次粒子径が400nm以下、格子定数が4.100～4.160であり、かつ、 $L^*a^*b^*$ 表色系における粉体色 L^* が30～60、 a^* が-5～10、 b^* が-10～2であるホウ化物微粒子により上記日射遮蔽用微粒子が構成されていることを特徴とし、

請求項4に係る発明は、

請求項1～3のいずれかに記載の発明に係る日射遮蔽体を前提とし、

上記ホウ化物微粒子が、 XB_6 (但し、Xは、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Zr、Ba、SrおよびCaから選択される少なくとも1種以上) で表される6ホウ化物微粒子であることを特徴とするものである。

【0011】

また、請求項5に係る発明は、

溶媒とこの溶媒中に分散された日射遮蔽用微粒子を含有し日射遮蔽体の形成に適用される日射遮蔽体形成用分散液を前提とし、

上記日射遮蔽用微粒子が請求項3または4記載のホウ化物微粒子で構成され、かつ、溶媒中に分散されたホウ化物微粒子の分散粒子径が800nm以下であることを特徴とし、

請求項6に係る発明は、

請求項5記載の発明に係る日射遮蔽体形成用分散液を前提とし、

ZrO_2 、 TiO_2 、 Si_3N_4 、 SiC 、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Y_2O_3 から選択された少なくとも1種の化合物を含有することを特徴とし、

請求項7に係る発明は、

請求項6記載の発明に係る日射遮蔽体形成用分散液を前提とし、

(上記化合物の重量/ホウ化物微粒子の重量) $\times 100$ が、0.1～250%の範囲に設定されていることを特徴とするものである。

【0012】

また、請求項8に係る発明は、

日射遮蔽体を前提とし、

この日射遮蔽体が請求項5～7のいずれかに記載の日射遮蔽体形成用分散液を用いて形成されていることを特徴とするものである。

【発明の効果】

【0013】

請求項1～4および請求項8記載の日射遮蔽体によれば、

その透過率が波長 400～700 nm に極大値を持つと共に、波長 700～1800 nm に極小値を持ち、かつ、透過率の極大値を P、極小値を B、可視光透過率を VLT としたとき、 $60\% \leq VLT \leq 80\%$ において以下の数式 (1) を満たす日射遮蔽特性を有しており、 $38\% \leq VLT \leq 55\%$ において以下の数式 (2) を満たす日射遮蔽特性を有しているため、可視光を有効に透過しそれ以外の熱線を有効に反射・吸収する効果を有している。

$$P/B + 0.2067 \times VLT \geq 17.5 \quad (1)$$

$$P/B + 2.4055 \times VLT \geq 133.6 \quad (2)$$

また、請求項 5～7 記載の日射遮蔽体形成用分散液によれば、

日射遮蔽用微粒子が請求項 2 または 3 記載のホウ化物微粒子で構成され、かつ、溶媒中に分散されたホウ化物微粒子の分散粒子径が 800 nm 以下であるため、上記日射遮蔽体を簡便かつ確実に製造できる効果を有する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

以下、本発明を詳細に説明する。

【0015】

まず、本発明に係る日射遮蔽体は、上述したようにその透過率が波長 400～700 nm に極大値を持つと共に、波長 700～1800 nm に極小値を持ち、かつ、透過率の極大値を P、極小値を B、可視光透過率を VLT としたとき、 $60\% \leq VLT \leq 80\%$ において以下の数式 (1) を満たし、また、 $38\% \leq VLT \leq 55\%$ において以下の数式 (2) を満たす日射遮蔽特性を有することを特徴とするものである。

【0016】

$$P/B + 0.2067 \times VLT \geq 17.5 \quad (1)$$

$$P/B + 2.4055 \times VLT \geq 133.6 \quad (2)$$

ここで、可視光透過率 VLT は可視光透過率算出法 (JIS A 5759) に基づき算出されるもので、具体的には、分光光度計を用いて波長 380 nm～780 nm 間において 10 nm 間隔で各波長の分光透過率 $\tau(\lambda)$ を測定し、以下の数式 (3) により算出した値である。

【0017】

【数 1】

$$\tau_v = \frac{\sum_{380}^{780} D_\lambda \tau(\lambda) V_\lambda \Delta\lambda}{\sum_{380}^{780} D_\lambda V_\lambda \Delta\lambda} \quad (3)$$

ここで、 τ_v は可視光透過率 VLT、 D_λ は CIE 昼光 D₆₅ における分光分布の値 (JIS A 5759 の添付表参照)、 V_λ は CIE 明順応標準比視感度、 $\tau(\lambda)$ は分光透過率である。尚、CIE は国際照明委員会の略称である。

【0018】

また、上記数式 (1) (2) は、基準となる日射遮蔽体形成用分散液 (ホウ化物微粒子、樹脂バインダー若しくは無機バインダーおよび有機溶媒を主成分とする) を適用し、例えば、透明な 3 mm ガラス若しくは透明な 50 μ m PET フィルムなどの透明な基体と、上記日射遮蔽体形成用分散液により形成された膜厚 10 μ m 以下の被膜とでその日射遮蔽特性が合格基準を示す日射遮蔽体を構成し、分光光度計で測定される上記日射遮蔽体の透過プロファイルから透過率の極大値 P と透過率の極小値 B を求めて (極大値 P/極小値 B) の比を求め、かつ、この値 (P/B) を可視光透過率 (VLT) に対してプロットし、これと同様にして、上記被膜の膜厚を変化させ (すなわち、膜厚の変化に伴いその VLT も異なる) かつ日射遮蔽特性が合格基準を示す日射遮蔽体を繰返し複数作成して各々の透過プロファイルを測定し、それらプロットを直線近似して得られた直線から得ることができる。尚、膜厚 10 μ m 以下の上記被膜のバインダーとしては、UV 硬化樹脂やシリケート系バインダーを用いることができるが、可視光領域で透明なものであれば特に限定されるものでない。

【0019】

そして、日射遮蔽体における被膜透過率の極大値と極小値の比 (P/B) は、この値が大きいほど日射遮蔽特性が優れる。これは、ホウ化物微粒子の透過率プロファイルは、波長400~700 nmに極大値を、波長700~1800 nmに極小値を持っており、可視光波長域が380~780 nmで、視感度が550 nm付近をピークとする釣鐘型であることを考慮すれば明らかである。すなわち、この透過特性から、可視光を有効に透過しそれ以外の熱線を有効に反射・吸収することが理解される。

【0020】

例えば、平均1次粒子径が250 nm、分散粒子径が600 nmの LaB_6 微粒子、UV硬化樹脂およびシクロペンタノンとトルエンの混合液とを主成分とする基準となる日射遮蔽体形成用分散液を適用し、可視光透過率 (VLT) が異なりかつ日射遮蔽特性が互いに合格基準を示す複数の上記日射遮蔽体を作成すると共に、作成した各日射遮蔽体から (P/B) の値をそれぞれ求め、横軸をVLT、縦軸を (P/B) としてプロットした実験結果によると、日射遮蔽特性が合格基準を示す各日射遮蔽体における透過率の極大値と極小値の比 (P/B) は図1の○印で示すように可視光透過率 (VLT) の値に伴ってパラボリックに変化する傾向がある。但し、日射遮蔽体として興味の範囲である $60\% \leq VLT \leq 80\%$ においては十分な精度で直線 (数式1) 近似が可能であり、同様に興味の範囲である $38\% \leq VLT \leq 55\%$ においても十分な精度で直線 (数式2) 近似が可能である。

【0021】

そして、上述した実験で確認されている日射遮蔽特性が合格基準を示す日射遮蔽体における透過率の極大値と極小値の比 (P/B) は上記数式 (1) または数式 (2) の等号で表わされる直線上に存在するため、日射遮蔽体における透過率の極大値と極小値の比 (P/B) が数式 (1) または数式 (2) の等号で表わされる直線上の値と同一であるか、その値よりも大きいときはその日射遮蔽体が十分な日射遮蔽特性を具備していることを示している。すなわち、日射遮蔽体が良好な日射遮蔽特性を具備しているためには数式 (1) または数式 (2) を満たしていることが必要である。

【0022】

次に、本発明で適用される日射遮蔽用微粒子は、その平均1次粒子径が400 nm以下、格子定数が4.100~4.160であり、かつ、 $L^*a^*b^*$ 表色系における粉体色 L^* が30~60、 a^* が-5~10、 b^* が-10~2であるホウ化物微粒子でこれを構成することができ、また、上記ホウ化物微粒子として、 XB_6 (但し、Xは、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Zr、Ba、SrおよびCaから選択される少なくとも1種以上) で表される6ホウ化物微粒子が挙げられる。

【0023】

ここで、上記平均1次粒子径は以下のようにして算出した値である。すなわち、溶媒中にホウ化物粒子等の日射遮蔽用粒子、分散剤、ビーズ等を入れた例えばペイントシェーカーで上記ホウ化物粒子を粉碎・分散処理し、処理後において溶媒を蒸発させ、分散剤は加熱分解により除去した後においてホウ化物粒子の比表面積 (N_2 吸着法等) を測定し、その測定値から次式により算出した値である。

【0024】

$d = 6 / \rho \times SA$ (ここで、 d は平均1次粒子径、 ρ はホウ化物密度、 SA は比表面積である)

そして、ホウ化物微粒子は、例えば、固相反応法や蒸発急冷法、プラズマCVD法などの気相法で製造することができる。

【0025】

尚、一例として固相反応法を説明するが、上記粉体特性を具備するものであれば製造方法は限定されるものでない。

【0026】

以下、固相反応法による LaB_6 （ホウ化ランタン）の製造方法を説明する。まず、ホウ素化合物とランタン化合物に還元剤を添加し、これらを高温で反応させてホウ化ランタンを生成する。但し、通常の反応条件では平均1次粒子径が400nmを超える粗大な粉末になり所望の光学特性が得られない。そこで、粒径分布制御のため、例えば、後工程においてジェットミルやビーズミルのようなメカニカル法によって粉碎したり、あるいは、粒成長抑制剤を添加して調製する。このような方法により平均1次粒子径が400nm以下のホウ化ランタン微粒子を得ることができる。

【0027】

また、上記ホウ化物微粒子は、国際照明委員会（CIE）が推奨している $L^*a^*b^*$ 表色系（JIS Z 8729）における粉体色 L^* が30～60、 a^* が-5～10、 b^* が-10～2の範囲内にあるものが適用される。尚、日射遮蔽体に適用されるホウ化物微粒子はその表面が酸化していないことが好ましいが、通常得られるものは僅かに酸化していることが多く、また、微粒子の分散工程で表面酸化が起こることはある程度避けられない。しかし、その場合でも日射遮蔽効果を発現する有効性には変わりはない。但し、この酸化の度合いが一定限度を超えると遮蔽効果が著しく減少することも事実であり、上記粉体色の特性範囲は粒子表面酸化の度合いと関連しているものと考えられる。

【0028】

また、一例として6ホウ化物微粒子（ XB_6 ）を挙げれば、結晶としての完全性が高いほど大きい日射遮蔽効果が得られる。しかし、結晶性が低くX線回折で極めてブロードな回折ピークを生じるようなものであっても、微粒子内部の基本的な結合がXとBの結合から成り立って、平均1次粒径400nm以下で格子定数が4.100～4.160、かつ、粉体色が L^* が30～60、 a^* が-5～10、 b^* が-10～2の範囲内であるならば所望の日射遮蔽効果を発現することが可能である。

【0029】

次に、上記日射遮蔽体は、溶媒とこの溶媒中に分散されたホウ化物微粒子などの日射遮蔽用微粒子を含有する日射遮蔽体形成用分散液を適宜透明基材上に塗布したり、あるいは、上記日射遮蔽体形成用分散液を板、シート、フィルムなどに練り込んで製造することができる。

【0030】

そして、上記溶媒中に分散されるホウ化物微粒子の分散粒子径が800nm以下まで十分細かく、かつ、均一に分散した日射遮蔽体形成用分散液を適用することにより、上記数式（1）または数式（2）の要件を満たす日射遮蔽体を得ることができる。

【0031】

ここで、分散粒子径とは、溶媒中のホウ化物微粒子の凝集粒子径を意味するものであり、市販されている種々の粒度分布計で測定することができる。例えば、ホウ化物微粒子の凝集体も存在する状態でホウ化物微粒子が溶媒中に分散された分散液からサンプリングを行い、動的光散乱法を原理とした大塚電子（株）社製ELS-800を用いて測定することができる。そして、上記ホウ化物微粒子の分散粒径は800nm以下であることが望ましい。800nmを超えて粒径が大きくなると、上記数式（1）および数式（2）の要件を満たすことが難しくなり、単調に透過率の減少した灰色系の膜や成形体（板、シートなど）になってしまう場合があるからである。また、凝集した粗大粒子が多く含まれると光散乱源となって膜や成形体（板、シートなど）にしたときに曇り（ヘイズ）が大きくなり、可視光透過率が減少する原因となることがあるので好ましくない。尚、ホウ化物微粒子の溶媒への分散方法は、分散液中に均一に分散する方法であれば特に限定されず、例えば、ビーズミル、ボールミル、サンドミル、ペイントシェーカー、超音波ホモジナイザーなどが挙げられる。これ等器材を用いた分散処理条件によって、ホウ化物粒子の溶媒中への分散と同時にホウ化物粒子同士の衝突等による微粒子化も進行し、ホウ化物粒子をより微粒子化して分散させることができる（すなわち、粉碎・分散処理される）。

【0032】

次に、上記日射遮蔽体形成用分散液は、上述したようにホウ化物微粒子を溶媒中に分散

したものであるが、溶媒は特に限定されるものではなく、塗布条件、塗布環境、および、無機バインダーや樹脂バインダーを含有させたときはバインダーに合わせて適宜選択すればよい。例えば、水やエタノール、プロパノール、ブタノール、イソプロピルアルコール、イソブチルアルコール、ジアセトンアルコールなどのアルコール類、メチルエーテル、エチルエーテル、プロピルエーテルなどのエーテル類、エステル類、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、シクロヘキサノン、イソブチルケトンなどのケトン類といった各種の有機溶媒が使用可能であり、また必要に応じて酸やアルカリを添加してpH調整してもよい。さらに、分散液中の微粒子の分散安定性を一層向上させるためには、各種の界面活性剤、カップリング剤などの添加も勿論可能である。

【0033】

また、バインダーを配合する場合、その無機バインダーや樹脂バインダーの種類は特に限定されるものではない。例えば、無機バインダーとして、珪素、ジルコニウム、チタン、若しくはアルミニウムの金属アルコキシドやこれらの部分加水分解縮重合物あるいはオルガノシラザンが挙げられ、また、樹脂バインダーとして、アクリル樹脂などの熱可塑性樹脂、エポキシ樹脂などの熱硬化性樹脂あるいはUV硬化樹脂などが利用できる。

【0034】

また、上記日射遮蔽体形成用分散液を用いて透明基材上に被膜を形成したときの膜の導電性は、ホウ化物微粒子の接触個所を経由した導電パスに沿って得られるため、例えば、界面活性剤やカップリング剤の量を加減することで導電パスを部分的に切断することができ、 $10^6 \Omega/\square$ 以上の表面抵抗値にして膜の導電性を低下させることは容易である。また、無機バインダーあるいは樹脂バインダーの含有量の加減によっても導電性を制御できる。

【0035】

また、日射遮蔽体形成用分散液には、膜強度を高めることを目的として、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Si_3N_4 、 SiC 、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Y_2O_3 から選択された少なくとも1種の化合物を含有することができる。尚、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Si_3N_4 、 SiC 、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Y_2O_3 から選択された化合物の含有量としては、(上記化合物の重量/ホウ化物微粒子の重量) $\times 100$ の値が、0.1~250%の範囲に設定されることが望ましい。これは、0.1%未満であると添加効果が認められない場合があり、250%を超えるとホウ化物微粒子の割合が低減されて日射遮蔽機能が低下するため分散液の性能が低下する場合があるからである。

【0036】

次に、本発明の日射遮蔽体は、上述したように日射遮蔽体形成用分散液を適宜透明基材上に塗布したり、あるいは、上記日射遮蔽体形成用分散液を板、シート、フィルムなどに練り込んで製造される。そして、上記日射遮蔽体が透明基材とこの上に形成された被膜とで構成される場合、日射遮蔽体形成用分散液中に含まれる樹脂バインダーまたは無機バインダーは、塗布、硬化後に上記ホウ化物微粒子の基材への密着性を向上させ、さらに膜の硬度を向上させる効果がある。また、このようにして得られた被膜上に、さらに珪素、ジルコニウム、チタン、もしくはアルミニウムの金属アルコキシド、これらの部分加水分解縮重合物からなる被膜を第2層として被着し、珪素、ジルコニウム、チタン、もしくはアルミニウムの酸化物膜を形成することで、ホウ化物微粒子を主成分とする被膜の基材に対する結着力や膜の硬度、耐候性を一層向上させることができる。また、日射遮蔽体形成用分散液中に樹脂バインダーまたは無機バインダーを含まない場合に得られる被膜は、基材上に上記ホウ化物微粒子のみが堆積した膜構造になる。そして、このままでも日射遮蔽効果を示すが、この膜上にさらに珪素、ジルコニウム、チタン、若しくはアルミニウムの金属アルコキシドやこれらの部分加水分解縮重合物などの無機バインダーまたは樹脂バインダーを含む塗布液を塗布して被膜を形成して多層膜とするとよい。このようにすることにより、上記塗布液成分が第1層のホウ化物微粒子の堆積した間隙を埋めて成膜されるため、膜のヘイズが低減して可視光透過率が向上し、また微粒子の基材への結着性が向上する。

【0037】

次に、上記日射遮蔽体形成用分散液を適宜透明基材上に塗布して被膜を形成する場合の塗布方法は特に限定されない。例えば、スピンコート法、バーコート法、スプレーコート法、ディップコート法、スクリーン印刷法、ロールコート法、流し塗りなど、分散液を平坦かつ薄く均一に塗布できる方法であればいずれの方法でもよい。また、無機バインダーとして、珪素、ジルコニウム、チタン、もしくはアルミニウムの金属アルコキシドおよびその加水分解重合物を含む分散液の塗布後の基材加熱温度は、100℃未満では塗膜中に含まれるアルコキシドまたはその加水分解重合物の重合反応が未完結で残る場合が多く、また水や有機溶媒が膜中に残留して加熱後の膜の可視光透過率の低減の原因となるので、100℃以上が好ましく、さらに好ましくは分散液中の溶媒の沸点以上で加熱を行うことが望ましい。また、樹脂バインダーを使用した場合は、それぞれの硬化方法に従って硬化させればよい。例えば、紫外線硬化樹脂であれば紫外線を適宜照射すればよく、また常温硬化樹脂であれば塗布後そのまま放置しておけばよい。このため、既存の窓ガラスなどへの現場での塗布が可能である。

【0038】

そして、例えば、透明基材とこの上に形成された被膜とで構成される本発明に係る日射遮蔽体は、ホウ化物微粒子が上記被膜内に適度に分散しているため、膜内を結晶が緻密に埋めた鏡面状表面をもつ物理成膜法による酸化物薄膜に較べて可視光領域での反射が少なく、キラキラした外観を呈することが回避できる。その一方で、可視域から近赤外域にプラズマ周波数をもつため、これに伴うプラズマ反射が近赤外域で大きくなる。また、可視光領域の反射をさらに抑制したい場合には、ホウ化物微粒子が分散された被膜の上に、 SiO_2 や MgF_2 のような低屈折率の膜を成膜することにより容易に視感反射率1%以下の多層膜を得ることができる。

【0039】

次に、本発明に係る日射遮蔽体に更に紫外線遮蔽機能を付与させるため、無機系の酸化チタンや酸化亜鉛、酸化セリウムなどの粒子、有機系のベンゾフェノンやベンゾトリアゾールなどの1種若しくは2種以上を添加してもよい。また、透過率を向上させるために、さらに ATO 、 ITO 、アルミニウム添加酸化亜鉛などの粒子を混合してもよい。これらの透明粒子は、添加量を増すと750nm付近の透過率が増加し近赤外線を遮蔽するため、可視光透過率が高くかつ日射遮蔽特性のより高い日射遮蔽体が得られる。また、 ATO 、 ITO 、アルミニウム添加酸化亜鉛などの粒子を分散した分散液に本発明に係る日射遮蔽体形成用分散液を添加すれば、例えば、上記 LaB_6 （ホウ化ランタン）の膜色は緑色なため膜に着色すると同時にその日射遮蔽効果を補助することもできる。この場合、主体となる ATO や ITO などに対してほんの僅かの添加量で日射遮蔽効果を補助でき、 ATO や ITO の必要量の大幅な減少が可能で、分散液コストが下げられる。

【0040】

また、本発明に係る日射遮蔽体形成用分散液は、焼成時の熱による液体成分の分解あるいは化学反応を利用して目的の日射遮蔽体を形成するものではないため、特性の安定した日射遮蔽体を形成することができる。

【0041】

更に、日射遮蔽効果を発揮するホウ化物微粒子は、無機材料であるので有機材料と比べて耐候性に優れており、例えば、太陽光線（紫外線）の当たる部位に使用しても色や諸機能の劣化はほとんど生じない。

【0042】

以下、本発明について実施例を挙げて具体的に説明する。但し、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【0043】

各実施例および各比較例において適用している微粒子a～jの粉体色（標準光源D65、10°視野）や各微粒子が分散された分散液を用いて得られた日射遮蔽体A～Tの光学特性については、日立製作所（株）製の分光光度計U-4000を用いて測定した。

【0044】

また、日射遮蔽特性については、各日射遮蔽体の透過プロファイルから透過率の極大値P、極小値Bおよび可視光透過率VLTを求めると共に、得られた各数値から上述した数式(1) $P/B + 0.2067 \times VLT \geq 17.5$ 、または、数式(2) $P/B + 2.4055 \times VLT \geq 133.6$ の左辺の値として求めている。

【0045】

尚、各実施例のVLTは、被膜の膜厚やフィラー濃度で制御している。

【実施例1】

【0046】

平均粒径約2 μ mのLaB₆粒子40重量%、高分子系分散剤12重量%、イソプロピルアルコール48重量%を、0.3mm ϕ ZrO₂ビーズを入れたペイントシェーカーで24時間粉碎・分散処理することによってLaB₆分散液を調製した(A液)。尚、上記LaB₆粒子は、この粉碎・分散処理によって以下の表1に示されているようにその平均1次粒径が35nmになっている。

【0047】

次に、得られたLaB₆分散液内のLaB₆微粒子が8gとなるように調整し、この分散液、UV硬化樹脂12g、シクロペンタノンとトルエンとの混合液22gをよく混合・攪拌して日射遮蔽体形成用分散液を調製した(B液)。ここで、日射遮蔽体形成用分散液(B液)内におけるLaB₆粒子の分散粒径は、表1に示されているように83nmであった。

【0048】

尚、以下の表1に示す「粉体色」や「格子定数」の数値は、上記A液の溶媒を除去した後の微粒子aを測定したものである。

【0049】

次に、バーNo. 8(JIS K5400)のバーコーターを用いて50 μ mのPET(ポリエチレンテレフタレート)フィルム上へ上記日射遮蔽体形成用分散液(B液)塗布した後、70℃、1分の条件で高圧水銀ランプを照射し、実施例1に係る日射遮蔽体Aを得た。

【0050】

得られた日射遮蔽体Aの透過プロファイルを図2に示す。

【0051】

そして、この透過プロファイルから求められた透過率の極大値P、極小値Bおよび上述した可視光透過率算出法(JIS A 5759)により算出された可視光透過率VLTの各数値を上記数式(1)に代入して日射遮蔽特性を算出したところ、以下の表1に示すように24.6%であった。

【0052】

よって、実施例1に係る日射遮蔽体Aはその日射遮蔽特性が合格基準を満たしていることが確認された。

【実施例2】

【0053】

ZrO₂ビーズに代えてSi₃N₄ビーズを適用した以外は実施例1と同様にして実施例2に係る日射遮蔽体Bを得た。この日射遮蔽特性も表1に示す。

【実施例3】

【0054】

ZrO₂ビーズに代えてSiCビーズを適用した以外は実施例1と同様にして実施例3に係る日射遮蔽体Cを得た。この日射遮蔽特性も表1に示す。

【実施例4】

【0055】

ZrO₂ビーズに代えてSiO₂ビーズを適用した以外は実施例1と同様にして実施例4に係る日射遮蔽体Dを得た。この日射遮蔽特性も表1に示す。

【実施例 5】

【0056】

ZrO₂ビーズに代えてAl₂O₃ビーズを適用した以外は実施例 1 と同様にして実施例 5 に係る日射遮蔽体 E を得た。この日射遮蔽特性も表 1 に示す。

【実施例 6】

【0057】

ZrO₂ビーズに代えてY₂O₃ビーズを適用した以外は実施例 1 と同様にして実施例 6 に係る日射遮蔽体 F を得た。この日射遮蔽特性も表 1 に示す。

【実施例 7】

【0058】

ZrO₂ビーズに代えてTiO₂ビーズを適用した以外は実施例 1 と同様にして実施例 7 に係る日射遮蔽体 G を得た。この日射遮蔽特性も表 1 に示す。

【実施例 8】

【0059】

LaB₆微粒子に代えてCeB₆微粒子を適用した以外は実施例 1 と同様にして実施例 8 に係る日射遮蔽体 H を得た。この日射遮蔽特性も表 1 に示す。

【実施例 9】

【0060】

LaB₆微粒子に代えてNdB₆微粒子を適用した以外は実施例 1 と同様にして実施例 9 に係る日射遮蔽体 I を得た。この日射遮蔽特性も表 1 に示す。

【0061】

【比較例 1】

平均粒径約 15 μm の LaB₆微粒子を適用しかつ粉碎・分散処理後の平均 1 次粒子径が 353 nm (表 1 参照) である点と、日射遮蔽体形成用分散液における LaB₆微粒子の分散粒子径が 910 nm である点を除いて実施例 1 と同様にして比較例 1 に係る日射遮蔽体 J を得た。この日射遮蔽特性も表 1 に示す。

【実施例 10】

【0062】

実施例 1 の B 液調製で、LaB₆分散液内の LaB₆微粒子が 8.8 g となるように調整し、かつ、バー No. 40 (JIS K5400) のバーコーターを用いた以外は実施例 1 と同様にして実施例 10 に係る日射遮蔽体 K を得た。

【0063】

そして、上記数式 (2) から求めた日射遮蔽特性を表 1 に示す。

【実施例 11】

【0064】

ZrO₂ビーズに代えてSi₃N₄ビーズを適用した以外は実施例 10 と同様にして実施例 11 に係る日射遮蔽体 L を得た。数式 (2) から求めた日射遮蔽特性も表 1 に示す。

【実施例 12】

【0065】

ZrO₂ビーズに代えてSiCビーズを適用した以外は実施例 10 と同様にして実施例 12 に係る日射遮蔽体 M を得た。数式 (2) から求めた日射遮蔽特性も表 1 に示す。

【実施例 13】

【0066】

ZrO₂ビーズに代えてSiO₂ビーズを適用した以外は実施例 10 と同様にして実施例 13 に係る日射遮蔽体 N を得た。数式 (2) から求めた日射遮蔽特性も表 1 に示す。

【実施例 14】

【0067】

ZrO₂ビーズに代えてAl₂O₃ビーズを適用した以外は実施例 10 と同様にして実施例 13 に係る日射遮蔽体 O を得た。数式 (2) から求めた日射遮蔽特性も表 1 に示す。

【実施例 15】

【0068】

ZrO₂ビーズに代えてY₂O₃ビーズを適用した以外は実施例10と同様にして実施例15に係る日射遮蔽体Pを得た。数式(2)から求めた日射遮蔽特性も表1に示す。

【実施例16】

【0069】

ZrO₂ビーズに代えてTiO₂ビーズを適用した以外は実施例10と同様にして実施例16に係る日射遮蔽体Qを得た。数式(2)から求めた日射遮蔽特性も表1に示す。

【実施例17】

【0070】

LaB₆微粒子に代えてCeB₆微粒子を適用した以外は実施例10と同様にして実施例17に係る日射遮蔽体Rを得た。数式(2)から求めた日射遮蔽特性も表1に示す。

【実施例18】

【0071】

LaB₆微粒子に代えてNdB₆微粒子を適用した以外は実施例10と同様にして実施例18に係る日射遮蔽体Sを得た。数式(2)から求めた日射遮蔽特性も表1に示す。

【0072】

【比較例2】

比較例1と同様にLaB₆微粒子の分散粒子径が910nmである分散液を用いた以外は実施例10と同様にして比較例2に係る日射遮蔽体Tを得た。数式(2)から求めた日射遮蔽特性も表1に示す。

【0073】

【評価】

そして、以下の表1に記載された日射遮蔽特性の数値から、比較例1と2を除いて各実施例に係る日射遮蔽体の日射遮蔽特性は全て「17.5%」(VLT=65%)若しくは「133.6%」(VLT=50%)を越えており、実施例に係る日射遮蔽体の優位性が確認された。

【0074】

尚、実施例と相違して比較例1に係る日射遮蔽体の日射遮蔽特性が「17.5%」以下の「14.6%」、比較例2に係る日射遮蔽体の日射遮蔽特性が「133.6%」以下の「122.2%」になっている理由は、その日射遮蔽体形成用分散液におけるLaB₆微粒子の分散粒子径が800nmを越えたためである。

【0075】

【表1】

	微粒子	粉 体 色			格子定数 (Å)	平均1次粒 子径 (nm)	分散粒 子径 (nm)	分散液中の6ホウ化物以 外の成分と含有量 (%)	日射 遮蔽体	日射遮蔽特 性 (%) (注)
		L*	a*	b*						
実施例1	a	33.8959	2.5195	-6.9554	4.1560	35	83	ZrO ₂	A	24.6
実施例2	b	35.9237	2.4115	-6.8733	4.1560	35	83	Si ₃ N ₄	B	24.4
実施例3	c	39.7682	1.8995	-6.1967	4.1560	35	83	SiC	C	24.4
実施例4	d	36.6432	1.2012	-4.8880	4.1560	35	83	SiO ₂	D	24.5
実施例5	e	36.2538	1.1884	-4.8361	4.1560	35	83	Al ₂ O ₃	E	24.2
実施例6	f	38.8891	2.0132	-6.4738	4.1560	35	83	Y ₂ O ₃	F	24.5
実施例7	g	40.3240	1.6358	-6.0295	4.1560	35	83	TiO ₂	G	24.0
実施例8	h	36.5625	2.1402	-4.5210	4.1402	38	90	ZrO ₂	H	17.5
実施例9	i	37.0251	2.1692	-4.5782	4.1249	39	85	ZrO ₂	I	21.1
比較例1	j	36.3701	2.1309	-4.4969	4.1570	353	910	ZrO ₂	J	14.6
実施例10	a	33.8959	2.5195	-6.9554	4.1560	35	83	ZrO ₂	K	142.5
実施例11	b	35.9237	2.4115	-6.8733	4.1560	35	83	Si ₃ N ₄	L	142.2
実施例12	c	39.7682	1.8995	-6.1967	4.1560	35	83	SiC	M	142.2
実施例13	d	36.6432	1.2012	-4.8880	4.1560	35	83	SiO ₂	N	142.2
実施例14	e	36.2538	1.1884	-4.8361	4.1560	35	83	Al ₂ O ₃	O	141.8
実施例15	f	38.8891	2.0132	-6.4738	4.1560	35	83	Y ₂ O ₃	P	142.3
実施例16	g	40.3240	1.6358	-6.0295	4.1560	35	83	TiO ₂	Q	141.5
実施例17	h	36.5625	2.1402	-4.5210	4.1402	38	90	ZrO ₂	R	135.9
実施例18	i	37.0251	2.1692	-4.5782	4.1249	39	85	ZrO ₂	S	139.2
比較例2	j	36.3701	2.1309	-4.4969	4.1570	353	910	ZrO ₂	T	122.2

(注) 上記日射遮蔽特性 (%) 欄の数値は、実施例1～9および比較例1までがVLT65%のときの値、実施例10～18および比較例2までがVLT50%のときの値である。

【産業上の利用可能性】

【0076】

以上のように、本発明に係る日射遮蔽体は日射遮蔽特性に優れるため、車両、ビル、事務所、一般住宅などの窓材や、電話ボックス、ショーウィンドー、照明用ランプ、透明ケースなどに使用される単板ガラス、合わせガラス、プラスチックなど日射遮蔽特性が要求される可視光透過資材に用いるのに適している。

【図面の簡単な説明】

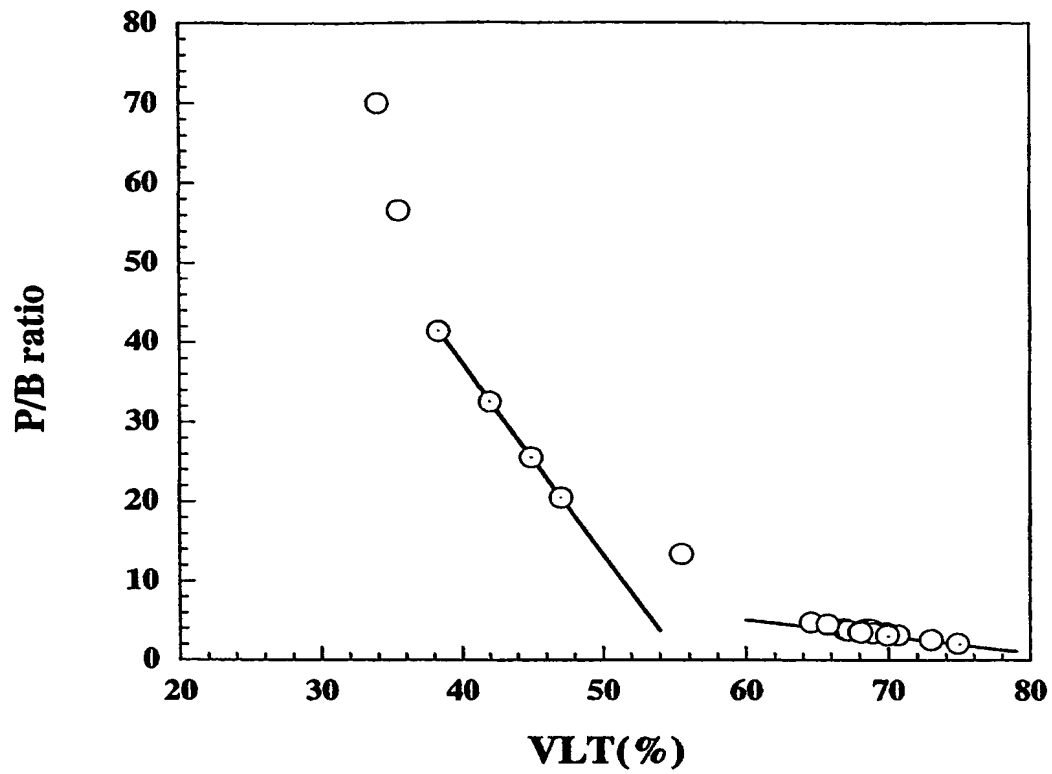
【0077】

【図1】 基準となる日射遮蔽体形成用分散液を用いて作成した日射遮蔽体のVLTとP/Bとの関係を示すグラフ図。

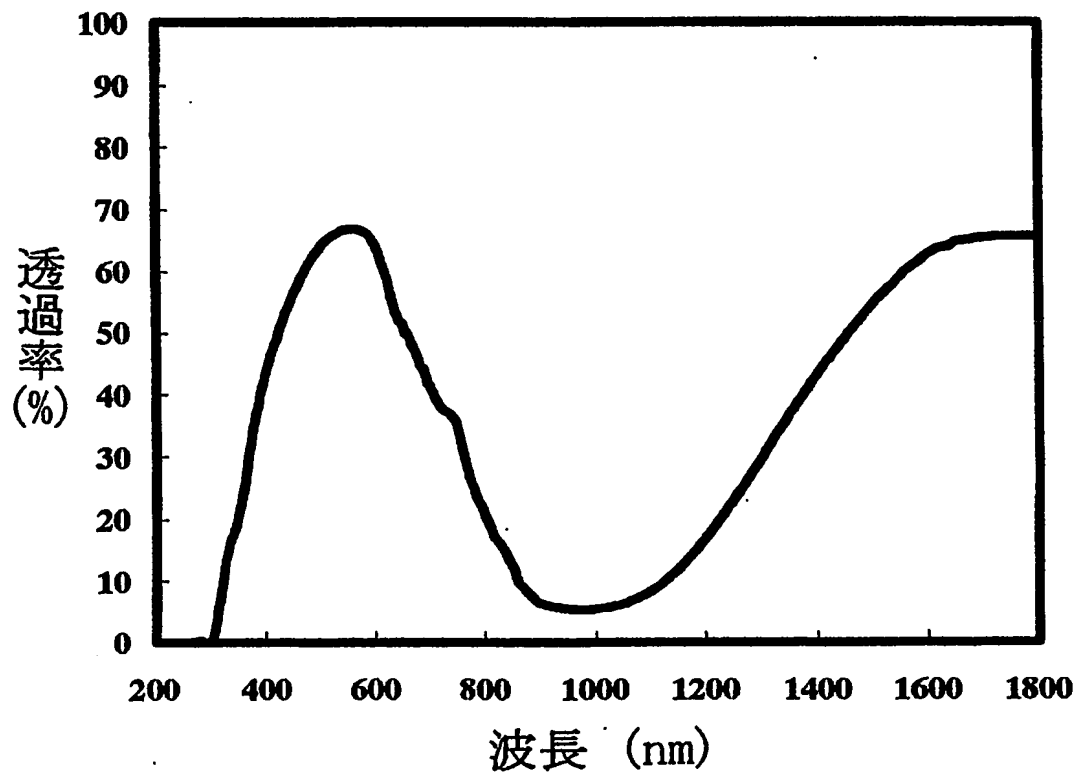
【図2】 実施例1に係る日射遮蔽体の透過プロファイルを示すグラフ図。

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 日射遮蔽体に要求される新規な適性基準を提供しかつこの基準を満たした日射遮蔽体と日射遮蔽体形成用分散液を提供すること。

【解決手段】 この日射遮蔽体は、透過率が波長 400～700 nm に極大値を持つと共に、波長 700～1800 nm に極小値を持ち、かつ透過率の極大値を P、極小値を B、可視光透過率を VLT としたとき、 $60\% \leq VLT \leq 80\%$ において以下の数式 (1) を満たし、また、 $38\% \leq VLT \leq 55\%$ において以下の数式 (2) を満たす日射遮蔽特性を有することを特徴とする。

$$P/B + 0.2067 \times VLT \geq 17.5 \quad (1)$$

$$P/B + 2.4055 \times VLT \geq 133.6 \quad (2)$$

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 3 - 3 9 4 7 8 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 8 3 3 0 3]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 6 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区新橋 5 丁目 1 1 番 3 号

氏 名

住友金属鉱山株式会社